


HONEYCOMB FILTER AND METHOD FOR MANUFACTURING THE SAME

Patent Number: ☐ EP1340530
Publication date: 2003-09-03
Inventor(s): HAMANAKA TOSHIYUKI [JP]; NOGUCHI YASUSHI [JP]
Applicant(s): NGK INSULATORS LTD [JP]
Requested Patent: ☐ JP2002159811
Application Number: EP20010974672 20011003
Priority Number(s): WO2001JP08719 20011003; JP20000357307 20001124
IPC Classification: B01D39/20
EC Classification: B01D39/20H, F01N3/022B
Equivalents: AU9417601, CN1476345, ☐ US2004053005, ☐ WO0241971, ZA200303356
Cited Documents:

Abstract

A honeycomb filter comprises a honeycomb-shaped filter base (2) having a plurality of through holes (4a, 4b) and a sealing member (1) fixed on end surfaces of the filter base (2) in which the through holes (4a, 4b) are open, wherein in which said through holes of said filter base are clogged with said sealing member in a checker flag form on one end surface, and are clogged with the sealing member in a checker flag form on the other end surface so as to clog the through holes different from the through holes sealed on said one end surface, and the sealing member (1) is a sheet-shaped fired body with a thickness of 3 mm or less, and a difference in coefficient of thermal expansion at temperatures of 40 to 800 DEG C between the sealing member (1) and the filter base (2) is 0.5×10^{-6} /DEG C or less. This honeycomb filter has high filtration efficiency and very high thermal shock resistance, and also has high bonding strength between the sealing member and the filter base, and a low pressure loss. 

Data supplied from the esp@cenet database - I2

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-159811

(P2002-159811A)

(43) 公開日 平成14年6月4日 (2002.6.4)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード* (参考)
B 0 1 D 39/20		B 0 1 D 39/20	D 3 G 0 9 0
C 0 4 B 35/195		F 0 1 N 3/02	3 0 1 C 4 D 0 1 9
F 0 1 N 3/02	3 0 1	C 0 4 B 35/16	A 4 G 0 3 0

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2000-357307 (P2000-357307)

(22) 出願日 平成12年11月24日 (2000.11.24)

(71) 出願人 000004064

日本碍子株式会社

愛知県名古屋市長区須田町2番56号

(72) 発明者 浜中 俊行

愛知県名古屋市長区須田町2番56号 日

本碍子株式会社内

(72) 発明者 野口 康

愛知県名古屋市長区須田町2番56号 日

本碍子株式会社内

(74) 代理人 100088616

弁理士 渡邊 一平

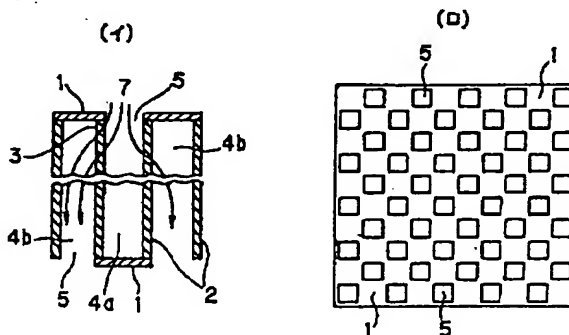
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ハニカムフィルター及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 濾過効率が高く、かつ極めて耐熱衝撃性に優れるとともに、封止部材とフィルター基体との接合強度が大きく、かつ圧力損失が少ないハニカムフィルター及びその製造方法を提供する。

【解決手段】 複数の貫通孔4a、4bを有するハニカム状のフィルター基体2と、フィルター基体2の貫通孔4a、4bが開く端面に固着される封止部材1とを備え、封止部材1が、フィルター基体2の複数の貫通孔4a、4bを、一の端面で千鳥格子状に封止し、かつ他の端面で一の端面で封止した貫通孔4aと異なる貫通孔4bを千鳥格子状に封止するハニカムフィルターで、封止部材1を、厚さ3mm以下のシート状焼成体とするとともに、フィルター基体との40～800℃における熱膨張係数の差を、 $0.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以下とする。



BEST AVAILABLE COPY

【特許請求の範囲】

【請求項1】 複数の貫通孔を有するハニカム状のフィルター基体と、前記フィルター基体の前記貫通孔が開く端面に固着される封止部材とを備え、前記封止部材が、前記フィルター基体の前記複数の貫通孔を、一の端面で千鳥格子状に封止し、かつ他の端面で前記一の端面で封止した貫通孔と異なる貫通孔を千鳥格子状に封止するハニカムフィルターであって、前記封止部材が、厚さ3mm以下のシート状焼成体であるとともに、前記フィルター基体との40～800℃における熱膨張係数の差が、 $0.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以下であることを特徴とするハニカムフィルター。

【請求項2】 前記フィルター基体及び前記封止部材が、配向コーディエライトを主結晶相とするセラミックスからなる請求項1に記載のハニカムフィルター。

【請求項3】 前記封止部材が、可塑性のシート状生成形体をハニカム状乾燥体に圧着、焼成することにより、前記フィルター基体に固着される請求項1又は2に記載のハニカムフィルター。

【請求項4】 前記封止部材が、前記フィルター基体との40～800℃における熱膨張係数の差が $0.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以下の接合材を介して、前記フィルター基体に固着される請求項1又は2に記載のハニカムフィルター。

【請求項5】 セラミックス材料を押出し成形してシート状生成形体及びハニカム状生成形体を形成し、前記シート状生成形体に、前記ハニカム状生成形体を乾燥したハニカム状乾燥体の貫通孔に対応させて千鳥格子状に貫通孔を形成し、

前記シート状生成形体に形成した貫通孔が、前記ハニカム状乾燥体の貫通孔に対応する位置で、前記シート状生成形体をハニカム状乾燥体の端面に圧着し、

前記シート状生成形体が圧着されたハニカム状乾燥体を一体焼成することを特徴とするハニカムフィルターの製造方法。

【請求項6】 前記セラミックス材料が、平均粒径1～10μmのカオリン0～20質量%、平均粒径5～30μmのタルク37～40質量%、平均粒径1～10μmの水酸化アルミニウム15～45質量%、平均粒径4～8μmの酸化アルミニウム0～15質量%、平均粒径2～100μmの溶融シリカ又は石英10～20質量%の組成物を主原料とする請求項5に記載のハニカムフィルターの製造方法。

【請求項7】 前記シート状生成形体が、厚さ3mm以下である請求項5又は6に記載のハニカムフィルターの製造方法。

【請求項8】 前記ハニカム状生成形体の貫通孔の形成と、前記シート状生成形体のハニカム状乾燥体の端面への圧着を同時に行う請求項5～7のいずれか一項に記載のハニカムフィルターの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、ハニカムフィルター及びその製造方法に関する。更に詳しくは、濾過効率が高く、かつ極めて耐熱衝撃性に優れるとともに、封止部材とフィルター基体との接合強度が大きく、かつ圧力損失が少ないハニカムフィルター及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、環境問題の関心の高まりとともに、ディーゼルエンジン等の排ガス中の微粒子（パティキュレート）を除去する為のハニカムフィルターが注目されている。

【0003】 図4（イ）、（ロ）に示すように、このハニカムフィルターは、一般に、多孔質セラミックスからなるハニカム状のフィルター基体12の両端面に開口する貫通孔14a、14bを、一の端面で千鳥格子状に封止し、かつ他の端面で一の端面で封止した貫通孔14aと異なる貫通孔14bを千鳥格子状に封止した構造を主要部とするものであり、いずれか一の端面から導入された排ガス17を、強制的に貫通孔間の隔壁13を通過させることにより、排ガス17中の微粒子（パティキュレート）を捕集、除去するものである。

【0004】 従来、ハニカムフィルターは、セラミックスのスラリーを多孔質セラミックスからなるフィルター基体12の貫通孔14に圧入後、焼成して、フィルター基体12の貫通孔14に目封じ材11を埋設したものが広く用いられている。この際、目封じ材11は、各貫通孔間の隔壁13に溶融反応により固着されるものではなく、圧入によりスラリーを隔壁13の気孔に浸入させて焼成する結果、いわば嵌合の機構により固着するものである。

【0005】 しかし、従来のハニカムフィルターでは、目封じ材11とフィルター基体12との熱膨張係数の差について特に考慮していなかったことから、目封じ材11の熱膨張係数の方が大きい場合には、隔壁13の気孔に浸入した目封じ材11が熱膨張により隔壁13に亀裂を生じさせ、目封じ材11の熱膨張係数の方が小さい場合には、目封じ材11が脱落するという問題を有していた。

【0006】 これに対して、フィルター基体12と、目封じ材11のセラミックス材料を特定の組合せとすることにより、両者の40～800℃における熱膨張係数の差を、 $3.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以下として、上述の問題を解消するハニカムフィルターが提案されている（特公平2-53083号公報）。

【0007】 しかし、このハニカムフィルターでは、構造上、フィルター基体12の隔壁13の一部が、目封じ材11により覆われてしまうことから、排ガス17

50 が、目封じ材11により覆われた部分を通過できず、フ

フィルターとして機能が低下してしまうという問題があった。

【0008】 また、従来は、フィルター基体12と目封じ材11との固着面積を大きくして目封じ材11の脱落等を防止する観点から、目封じ材11を約10～15mmの厚さで貫通孔14に埋設していたのが現状であった為、圧力損失が大きくエンジン出力が低下するという問題を有していた。

【0009】 これに対して、図5に示すように、フィルター基体12の貫通孔14を、一端面で千鳥格子状に封止し、かつ他の端面で一の端面で封止した貫通孔と異なる貫通孔を千鳥格子状に封止する封止板21をフィルター基体12の両端面に固着させたハニカムフィルターが提案されている（特開昭55-114324号公報）。

【0010】 このハニカムフィルターでは、封止板21をフィルター基体12の端面に固着させる構造である為、フィルター基体12の隔壁の一部が、封止板21により覆われてしまうことがなくフィルター機能を向上させることができるとともに、隔壁のクラックの発生を防止することができるものである。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、このハニカムフィルターでは、封止板21とフィルター基体12とのセラミックス材料の差による熱膨張係数の差について全く考慮されていなかった為、封止板21の剥離、脱落による排ガスの漏洩を生じてしまう等、実用上、耐熱衝撃性に問題を有していた。

【0012】 また、このハニカムフィルターでは、封止板21の厚さについても全く考慮されていない為、押出し成形によりセラミックス結晶を配向させた封止板21を形成した場合、封止板21の厚さによってはセラミックス結晶が充分配向しないことがあった。この結果、實際上、封止板21とフィルター基体12との熱膨張係数の差が大きくなり、これをフィルター基体12に固着したハニカムフィルターでは、高温使用時、封止板21の剥離、脱落による排ガスの漏洩を生じることがあった。また、圧力損失の増大によるエンジン出力の低下という従来の問題を何ら解決するものではなかった。

【0013】 他方、ハニカムフィルターの製造は、従来、ハニカム状乾燥体を焼成したフィルター基体にセラミックスからなるスラリーを圧入後又は焼成前の板状生成形体を圧着後、焼成する方法が行われていた。

【0014】 しかしながら、この従来の製造方法では、焼成工程が、ハニカム状乾燥体を焼成してフィルター基体とする工程と、スラリーを圧入後又は板状生成形体を圧着後、焼成してハニカムフィルターとする工程の2工程からなる為、ハニカムフィルターの高コスト化の主要な原因になっており、ハニカムフィルターの普及に対する大きな障害となっていた。

【0015】 また、板状生成形体を圧着後焼成してハニカムフィルターとする場合には、既に焼成済みのフィルター基体と焼成前の板状生成形体とでは焼成による焼締りの程度が異なる為、圧着時には両者の貫通孔が対応していても焼成後にはズレを生じることがあった。

【0016】 更には、フィルター基体に板状生成形体を圧着後焼成する製造方法では、フィルター基体と封止部材との接合強度が必ずしも充分ではなかった。

【0017】 本発明は、上述の問題に鑑みなされたものであり、濾過効率が高く、かつ耐熱衝撃性にも優れるとともに、封止部材とフィルター基体との接合強度が高く、かつ圧力損失を小さくすることができるハニカムフィルターを提供することを第一の目的とする。

【0018】 また、本発明は、濾過効率が高く、かつ耐熱衝撃性にも優れるとともに、封止部材とフィルター基体との接合強度が極めて高く、かつ圧力損失を小さくすることができるハニカムフィルターを、極めて低コストかつ精密に製造することができるハニカムフィルターの製造方法を提供することを第二の目的とする。

【0019】

【課題を解決するための手段】 本発明者は、上述の課題を解決するべく鋭意研究した結果、封止部材を、厚さ3mm以下のシート状焼成体とするとともに、封止部材とフィルター基体との40～800℃における熱膨張係数の差を特定の数値以下とすることにより上記第一の目的を達成できることを知見し、また、シート状生成形体をハニカム状乾燥体の端面に圧着した後、一体焼成することにより上記第二の目的を達成できることを知見し、本発明を完成させた。

【0020】 即ち、本発明によれば、複数の貫通孔を有するハニカム状のフィルター基体と、このフィルター基体の貫通孔が開口する端面に固着される封止部材とを備え、封止部材が、フィルター基体の複数の貫通孔を、一の端面で千鳥格子状に封止し、かつ他の端面で一の端面で封止した貫通孔と異なる貫通孔を千鳥格子状に封止するハニカムフィルターであって、封止部材が、厚さ3mm以下のシート状焼成体であるとともに、フィルター基体との40～800℃における熱膨張係数の差が、 $0.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以下であることを特徴とするハニカムフィルターが提供される。

【0021】 本発明のハニカムフィルターにおいては、フィルター基体及び封止部材が、配向コーディエライトを主結晶相とするセラミックスからなることが好ましい。

【0022】 また、封止部材は、可塑性のシート状生成形体をハニカム状乾燥体に圧着、焼成することにより、フィルター基体に固着されることが好ましく、又はフィルター基体との40～800℃における熱膨張係数の差が $0.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以下の接合材を介して、フィルター基体に固着されることが好ましい。

【0023】 また、本発明によれば、セラミックス材料を押し出し成形してシート状生成形体及びハニカム状生成形体を形成し、該シート状生成形体に、該ハニカム状生成形体を乾燥したハニカム状乾燥体の貫通孔に対応させて、千鳥格子状に貫通孔を形成し、該シート状生成形体に形成した貫通孔が、該ハニカム状乾燥体の貫通孔に対応する位置で、該シート状生成形体を該ハニカム状乾燥体の端面に圧着し、該シート状生成形体が圧着されたハニカム状乾燥体を一体焼成することを特徴とするハニカムフィルターの製造方法が提供される。

【0024】 本発明のハニカムフィルターの製造方法においては、セラミックス材料が、平均粒径1~10 μ mのカオリン0~20質量%、平均粒径5~30 μ mのタルク37~40質量%、平均粒径1~10 μ mの水酸化アルミニウム15~45質量%、平均粒径4~8 μ mの酸化アルミニウム0~15質量%、平均粒径2~100 μ mの溶融シリカ又は石英10~20質量%の組成物を主原料とすることが好ましく、シート状生成形体は、厚さ3mm以下であることが好ましい。

【0025】 また、本発明のハニカムフィルターの製造方法においては、ハニカム状生成形体の貫通孔の形成と、シート状生成形体のハニカム状乾燥体の端面への圧着を同時に行うことが好ましい。

【0026】

【発明の実施の形態】 以下、本発明の実施の形態を、図面を参照しつつ具体的に説明する。

【0027】 1. ハニカムフィルター

図1(イ)、(ロ)に示すように、本発明のハニカムフィルターは、複数の貫通孔4a、4bを有するハニカム状のフィルター基体2と、このフィルター基体2の貫通孔4a、4bが開閉する端面に固着される特定の封止部材1とを備えるものである。

【0028】 これにより、フィルター基体2の隔壁3の一部が、封止部材1により覆われてしまうことがなく、フィルター機能を向上させることができる。また、封止部材1の熱膨張によってフィルター基体2の隔壁3にクラックが発生することを防止することができる。

【0029】 本発明におけるフィルター基体2の構成材としては、例えば、無配向コーディエライト、配向コーディエライト、ムライト-ジルコン、ムライト、ジルコン、コーディエライト-ムライト、ムライト-チタン酸アルミニウム、クレイボンド炭化ケイ素、及びジルコニア-スピネルからなる群より選ばれた1種を主結晶相とするセラミックスを挙げることができ、中でも、低熱膨張性の点で、配向コーディエライトが好ましい。これらセラミックスは、1種単独又は2種以上を組合わせることができる。

【0030】 ここで、「配向コーディエライト」とは、コーディエライト結晶のC軸が排ガスの流路方向に対して垂直に配向したコーディエライトを意味する。

【0031】 具体的には、焼成によりコーディエライトが合成される原料粉末を押し出し成形等で成形後、焼成することにより得ることができる。

【0032】 フィルター基体2は、この他、例えば、インディアライト、ムライト、スピネル、サフィリン、コランダム、チタニア等を含有するものであってもよい。

【0033】 フィルター基体2の形状としては、例えば、端面の形状が真円、楕円、トラックサークル等の円柱、端面の形状が三角、四角等の多角形である角柱、これらの円柱、角柱の側面がくの字に湾曲した形状等を挙げることができ、貫通孔の形状としては、例えば、断面形状が四角、八角等の多角形、真円、楕円等のものを挙げることができる。

【0034】 フィルター基体2の成形は、例えば、押し出し成形法、射出成形法、プレス成形法、セラミックス原料を円柱状に成形後貫通孔を形成する方法等により行うことができるが、連続成形が容易であるとともに、コーディエライト結晶を配向させて低熱膨張性にできる点で押し出し成形法が好ましい。

【0035】 本発明における封止部材1は、ハニカム状のフィルター基体2における複数の貫通孔4a、4bを、一の端面で千鳥格子状に封止し、かつ他の端面で一の端面で封止した貫通孔4aと異なる貫通孔4bを千鳥格子状に封止するものである。

【0036】 これにより、いずれか一の端面から導入された排ガス7を、強制的に貫通孔間の隔壁3を通過させることにより、排ガス7中の微粒子(パティキュレート)を捕集、除去することができる。

【0037】 本発明においては、封止部材1と前述したフィルター基体2との40~800℃における熱膨張係数の差を、 $0.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以下、好ましくは、 $0.3 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以下、より好ましくは、 $0.2 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以下とする。

【0038】 40~800℃における熱膨張係数の差が、 $0.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ を超えると、ハニカムフィルターを高温で使用の際、固着部に大きな歪を生じ、封止部材1の剥離又は脱落を生じ、排ガス7が漏洩してフィルターとして機能なくなってしまう。

【0039】 ここで、本願明細書中「熱膨張係数」とは、一定圧力下、単位温度変化(℃)当たりのガス流路方向における寸法変化率($\Delta L/L$)を意味する。

【0040】 40~800℃における熱膨張係数の差が、 $0.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以下の構成材の組合せとしては、例えば、①同じ構成材、②ムライト-ジルコンとムライト、③コーディエライト-ムライトと無配向コーディエライト、等を挙げることができる。中でも、40~800℃における熱膨張係数の差が小さくフィルター基体と封止部材の接合強度が大きい点で、①同じ構成材とすることが好ましく、特に、低熱膨張性である点で、何

れの構成材も配向コーディエライトとすることが好ましい。

【0041】 本発明における封止部材1は、厚さ3mm以下のシート状成形体、好ましくは厚さ2mm以下のシート状成形体、より好ましくは厚さ1mm以下のシート状成形体とする。

【0042】 厚さ3mmを超えると、ハニカムフィルターの圧力損失が増大し、エンジン出力が低下してしまう。また、押出し成形の際、セラミックス結晶の配向が不十分となる為、封止部材1とフィルター基体2との熱膨張係数の差が大きくなり、これをフィルター基体2に固着したハニカムフィルターでは、高温使用時に、封止部材1の剥離、脱落による排ガスの漏洩を生じてしまう。

【0043】 本発明における封止部材1は、図2に示すように、フィルター基体2に直接的に固着されるもの、図3に示すように、接合材6を介して間接的に接合されるもの、いずれでもよい。

【0044】 図2に示す封止部材1をフィルター基体2に直接的に固着する方法としては、例えば、可塑性を有するシート状生成形体をフィルター基体の貫通孔が開口する端面に圧着し、その後焼成する方法；可塑性を有するシート状生成形体を、ハニカム状乾燥体の貫通孔が開口する端面に圧着し、その後焼成する方法等を挙げることができる。

【0045】 中でも、図1（イ）、（ロ）に示す封止部材1とフィルター基体2の貫通孔4、5の対応関係が焼成によりズレを生じないとともに、焼成工程の省略により大幅なコスト削減が可能となり、かつ封止部材1とフィルター基体2との接合強度を大きくすることができる点で、後者の方法が好ましい。

【0046】 ここで、「ハニカム状乾燥体」とは、セラミックス材料を押出し成形等で成形した直後のハニカム状の生成形体を乾燥したものを意味し、「フィルター基体」とは、このハニカム状乾燥体を焼成したものを意味する。また、「シート状生成形体」とは、セラミックス材料を押出し成形等で成形したもので乾燥、焼成前のものを意味する。

【0047】 図3に示す封止部材1を、接合材6を介してフィルター基体2に間接的に固着する方法としては、例えば、セラミックスを主成分とするスラリー（焼成後接合材となるもの）をフィルター基体2又はハニカム状乾燥体の端面に塗布した後、シート状封止部材又はシート状生成形体を圧着、焼成する方法等を挙げることができる。

【0048】 接合材6は、フィルター基体2との40～800℃における熱膨張係数の差が、 $0.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ 以下であることが好ましい。

【0049】 フィルター基体2との40～800℃における熱膨張係数の差が、 $0.5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ を超える

と、ハニカムフィルターを高温で使用の際、固着部の歪が大きくなり封止部材1が剥離又は脱落し、排ガスが漏洩することがある。

【0050】 接合材6は、押出し成形等によりセラミックス結晶を配向させることにより熱膨張係数を調整することも可能ではあるが、調整工程が複雑になる為、原料の組成により調整することが好ましい。

【0051】 具体的には、例えば、フィルター基体2が配向性コーディエライトからなる場合には、平均粒径2～5μmのカオリン0～20質量%、平均粒径8～15μmのタルク37～40質量%、平均粒径0.5～3μmの水酸化アルミニウム15～45質量%、平均粒径2～4μmの酸化アルミニウム0～15質量%、平均粒径2～10μmの熔融シリカ又は石英10～20質量%の組成物を主原料とするセラミックス材料を焼成したものを挙げることができる。

【0052】 2. ハニカムフィルターの製造方法
本発明のハニカムフィルターの製造方法は、セラミックス材料を押出し成形してシート状生成形体及びハニカム状生成形体を形成し、該シート状生成形体に、該ハニカム状生成形体を乾燥したハニカム状乾燥体の貫通孔に対応させて、千鳥格子状に貫通孔を形成し、該シート状生成形体に形成した貫通孔が、該ハニカム状乾燥体の貫通孔に対応する位置で、該シート状生成形体を該ハニカム状乾燥体の端面に圧着し、該シート状生成形体が圧着されたハニカム状乾燥体を一体焼成するものである。以下、各工程毎に詳細に説明する。

【0053】 本発明のハニカムフィルターの製造方法では、まず、セラミックス材料を押出し成形してシート状生成形体及びハニカム状生成形体を形成する。

【0054】 これにより、シート状生成形体及びハニカム状生成形体を構成する原料粒子が配向する為、焼成後得られる封止部材及びフィルター基体を伴い低熱膨張性とし、かつ両者の熱膨張係数の差を小さくすることができる。

【0055】 セラミックス材料としては、例えば、ケイ素、チタン、ジルコニウム、炭化ケイ素、炭化ホウ素、炭化チタン、炭化ジルコニウム、窒化ケイ素、窒化ホウ素、窒化アルミニウム、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、ムライト、コーディエライト化原料、チタン酸アルミニウム、サイアロン、カオリン、タルク、水酸化アルミニウム、熔融シリカ、及び石英からなる群より選ばれる少なくとも1種を含むものを主原料とするものを挙げることができ、セラミックス材料は、これら主原料を1種単独で又は2種以上を組合わせたものを用いることができる。

【0056】 より具体的には、ハニカム状生成形体の主原料としては、フィルター基体が低熱膨張性に優れる点で、平均粒径5～10μmのカオリン0～20質量%、平均粒径15～30μmのタルク37～40質量

%, 平均粒径 1~10 μm の水酸化アルミニウム 15~45 質量%, 平均粒径 4~8 μm の酸化アルミニウム 0~15 質量%, 平均粒径 3~100 μm の熔融シリカ又は石英 10~20 質量% の組成物を主原料とするのが好ましい。

【0057】 また、ハニカム状生成形体の主原料を上
述の原料とした場合のシート状生成形体の主原料は、封
止部材が低熱膨張性に優れ、かつフィルター基体との熱
膨張係数の差が小さな点で、平均粒径 2~5 μm のカオリ
ン 0~20 質量%, 平均粒径 8~15 μm のタルク 3
7~40 質量%, 平均粒径 0.5~3 μm の水酸化アル
ミニウム 15~45 質量%, 平均粒径 2~4 μm の酸化
アルミニウム 0~15 質量%, 平均粒径 2~10 μm の
熔融シリカ又は石英 10~20 質量% を主原料とするのが
好ましい。尚、同一の原料としないのは、押出し成形に
よる配向の程度に差があること等を考慮した為である。

【0058】 本発明においては、セラミックス材料
に、必要に応じての所望の添加剤を添加することができ
る。

【0059】 添加剤としては、バインダー、媒液への
分散を促進する為の分散剤、気孔を形成する為の造孔材
等を挙げることができる。

【0060】 バインダーとしては、例えば、ヒドロキ
シプロピルメチルセルロース、メチルセルロース、ヒド
ロキシエチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、
ポリビニルアルコール等を挙げることができ、分散
剤としては、例えば、エチレングリコール、デキストリン、
脂肪酸石鹸、ポリアルコール等を挙げることができ、
造孔剤としては、例えば、グラファイト、小麦粉、
澱粉、フェノール樹脂、ポリエチレンテレフタレート等
を挙げることができる。これら添加剤は、目的に応じて
1 種単独又は 2 種以上組合わせて用いることができる。

【0061】 セラミックス材料は、通常、上述した主
原料及び必要に応じて添加される添加物からなる原料粉
末 100 重量部に対して、10~40 重量部程度の水を
投入後、混練し、可塑性混合物とする。

【0062】 押出し成形は、真空土練機、ラム式押出
し成形機等を用いて行うことができる。

【0063】 押出し成形により形成されるシート状生
成形体は、厚さ 3 mm 以下であることが好ましく、厚さ
2 mm 以下であることがより好ましく、厚さ 1 mm 以下
であることが特に好ましい。

【0064】 厚さ 3 mm 以下とすると、ハニカムフ
ィルターの圧力損失を減少させ、エンジン出力を向上する
ことができる。また、押出し成形によりセラミックス結
晶を充分配向させ、フィルター基体との熱膨張係数の差
を小さくすることができる。

【0065】 形成されるハニカム状生成形体の外形と
しては、例えば、端面の形状が真円又は楕円の円柱、端
面の形状が三角、四角等の多角形である角柱、これらの

円柱、角柱の側面がくの字に湾曲した形状等を挙げること
ができ、ハニカム状生成形体の貫通孔の形状として
は、例えば、断面形状が四角、八角等の多角形、真円、
楕円等を挙げることができる。

【0066】 本発明のハニカムフィルターの製造方法
では、次に、シート状生成形体に、ハニカム状生成形
体を乾燥したハニカム状乾燥体の貫通孔に対応させて千
鳥格子状に貫通孔を形成する。

【0067】 焼成前のハニカム状乾燥体の貫通孔に対
応させて形成することにより、後に行う焼成による焼締
りで両者の貫通孔にズレが生じることを防止することが
できる。

【0068】 ハニカム状生成形体を乾燥する方法とし
ては、特に制限はなく、例えば、熱風乾燥、マイクロ波
乾燥、誘電乾燥、減圧乾燥、真空乾燥、凍結乾燥等を挙
げることができる。

【0069】 ハニカム状乾燥体の貫通孔に対応させて
千鳥格子状に貫通孔を形成する方法としては、シート状
生成形体の穴あけ位置をハニカム状乾燥体の貫通孔に対
応させた後、パンチングで穴を開ける方法等を挙げること
ができる。但し、両者の貫通孔 4、5 をより正確に対
応させることができ、かつハニカムフィルターの製造工
程を簡略化できる点で、ハニカム状生成形体の貫通孔の
形成と、後述するシート状生成形体のハニカム状乾燥体
の端面への圧着を同時に行うことが好ましい。

【0070】 具体的には、例えば、ハニカム状乾燥体
の端面にシート状生成形体を載置した後、シート状生成
形体に対応する外延を有し、かつハニカム状乾燥体の貫
通孔に対応して配設される穴あけ手段を有する板状部材
を押圧して、貫通孔の形成と圧着を同時に行う方法を挙
げることができる。

【0071】 本発明のハニカムフィルターの製造方法
では、次に、シート状生成形体を、シート状生成形体
に形成した貫通孔がハニカム状乾燥体の貫通孔に対応す
る位置で、ハニカム状乾燥体の端面に圧着する。

【0072】 これにより、一方が焼成体のフィルター
基体である場合に比べ、両者の接触がより緻密になる
為、焼成後の封止シートとフィルター基体との接合強度
が向上し、封止シートの剥離、脱落をより確実に防止す
ることができる。

【0073】 シート状生成形体のハニカム状乾燥体の
端面への圧着は、シート状生成形体が可塑性を有する
為、シート状生成形体をそのまま押し付けばよいが、
セラミックス材料を主成分とするスラリーをハニカム状
乾燥体に塗布してそこにシート状生成形体を押し付けて
もよい。

【0074】 本発明のハニカムフィルターの製造方法
では、最後に、シート状生成形体が圧着されたハニカム
状乾燥体を一体焼成する。

【0075】 これにより、従来行われていたハニカム

状乾燥体の焼成と、シート状生成形体を圧着したフィルター基体の焼成という2段階の焼成を1段階の焼成で行うことができる為、製造コストを大幅に削減することができる。また、焼成後に、対応する貫通孔についてズレが生じることを防止することができる。

【0076】 焼成温度は、封止シートとフィルター基体とをより密接に固着する点から、1410～1440℃の温度で行うことが好ましい。

【0077】

【実施例】 以下、本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明はこれら実施例によって何ら限定されるものではない。

【0078】 1. 評価方法

(1) 電気炉スポーリング試験

所定温度にした電気炉に、実施例及び比較例で得られた試験体を入れて3.0分保持後、25℃の室内に取り出し、耐火煉瓦の上に置き、冷却後、外観観察と打音により、クラックの有無を判定した。

【0079】 電気炉の設定温度は、650℃からスタートし、クラックがない場合は、50℃刻みで温度を上げ、クラックが発生しない最高温度を試験結果とした。

【0080】 (2) 圧力損失測定方法

フィルターに25℃の、5Nm³/minの空気を流し、フィルター前後の圧力差を測定した。

【0081】 (3) 熱膨張係数

ハニカム状又はシート乾燥体を焼成後、ガス流路方向に沿ってサンプルを切り出し、40～800℃の熱膨張係数(一定圧力下、単位温度変化(℃)当たりのガス流路方向における寸法変化率($\Delta L/L$))を測定した。スラリーの場合は、スラリーを乾燥、焼成後、サンプルを切り出し、40～800℃の熱膨張係数を測定した。

【0082】 2. 実施例及び比較例

実施例1

まず、表1に示す組成1のコーディエライト化原料100重量部に対して、水30重量部、造孔剤(グラファイト)30重量部、バインダー(メチルセルローズ)4重量部、分散剤(ラウリン酸カリウム)0.5重量部を混練したものを押出し成形した後、乾燥してハニカム状乾燥体(焼成前のもの)を得た。

【0083】 次いで、表1に示す組成2のコーディエライト化原料100重量部に対して、水30重量部、造孔剤(グラファイト)30重量部、バインダー(ポリエチレンテレフタレート)4重量部、分散剤(ラウリン酸カリウム)0.5重量部を混練したものを押出し成形して、乾燥前で可塑性を有する厚さ1.5mmのシート状生成形体を得、このシート状生成形体を、ハニカム状乾燥体の複数の貫通孔に対応する部分をパンチングにより千鳥格子状に打ち抜き、ハニカム状乾燥体の貫通孔が開口する一の端面と他の端面とで異なる貫通孔が封止され

るように、両端面に圧着した。

【0084】 最後に、この状態で乾燥後、1420℃で焼成してハニカム状のフィルター基体(ハニカム状乾燥体の焼成後のもの)にシート状封止部材(シート状生成形体の乾燥、焼成後のもの)が固着されたコーディエライト質ハニカムフィルター(フィルター基体:気孔率60%、平均細孔径25μm、直径144mm、長さ150mm、リブ厚さ300μm、セル密度300セル/inch²、全長:152mm)を得た。

10 【0085】 得られたハニカムフィルターについて、40～800℃の熱膨張係数を測定したところ、フィルター基体は、 $0.6 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であり、シート状封止部材は、 $0.8 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であった。また、電気炉スポーリング試験では、800℃までクラックの発生が認められず、圧力損失も133mmH₂Oと低かった。評価結果をまとめて表2に示す。

【0086】 実施例2

実施例1において、フィルター基体の長さを147mmとし、シート状生成形体の厚さを2mmとした以外は実施例1と同様にしてコーディエライト質ハニカムフィルターを得た。

【0087】 得られたハニカムフィルターについて、40～800℃の熱膨張係数を測定したところ、フィルター基体は、 $0.6 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であり、シート状封止部材は、 $0.9 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であった。また、電気炉スポーリング試験では、800℃までクラックの発生が認められず、圧力損失も137mmH₂Oと低かった。用いた組成を表1に、評価結果を表2にまとめて示す。

【0088】 実施例3

30 実施例1において、フィルター基体の長さを149mmとし、シート状生成形体の厚さを3mmとした以外は実施例1と同様にしてコーディエライト質ハニカムフィルターを得た。

【0089】 得られたハニカムフィルターについて、40～800℃の熱膨張係数を測定したところ、フィルター基体は、 $0.6 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であり、シート状封止部材は、 $1.1 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であった。また、電気炉スポーリング試験では、750℃までクラックの発生が認められず、圧力損失も140mmH₂Oと低かった。用いた組成を表1に、評価結果を表2にまとめて示す。

【0090】 実施例4

実施例1において、表1に示す組成3のコーディエライト化原料を用いてスラリーを作製し、このスラリーをフィルター基体の貫通孔が開口する両端面に塗布し、そこにシート状生成形体を圧着したこと以外は実施例1と同様にしてコーディエライト質ハニカムフィルターを得た。

【0091】 得られたハニカムフィルターについて、40～800℃の熱膨張係数を測定したところ、フィルター基体は、 $0.6 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であり、シート状封止

部材は、 $0.8 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であり、接合材（スラリー焼成後焼結体）は、 $1.1 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であった。また、電気炉スポーリング試験では、 800°C までクラックの発生が認められず、圧力損失も 135 mmHg と低かった。用いた組成を表1に、評価結果を表2にまとめて示す。

【0092】 比較例1

実施例1において、フィルター基体の長さを 145 mm とし、シート状生成形体の厚さを 4 mm とした以外は実施例1と同様にしてコーディエライト質ハニカムフィルターを得た。

【0093】 得られたハニカムフィルターについて、 $40 \sim 800^{\circ}\text{C}$ の熱膨張係数を測定したところ、フィルター基体は、 $0.6 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であり、シート状封止部材は、 $1.3 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であった。また、電気炉スポーリング試験では、 700°C を超えるとクラックの発生が認められ、圧力損失も 144 mmHg と高かった。用いた組成を表1に、評価結果を表2にまとめて示す。

【0094】 比較例2

実施例1において、表1に示す組成1のコーディエライト化原料を用いてスラリーを作製し、このスラリーをフィルター基体の貫通口が開く両端面に塗布し、そこにシート状生成形体を圧着したこと以外は実施例1と同様にしてコーディエライト質ハニカムフィルターを得た。得られたハニカムフィルターについて、 $40 \sim 800^{\circ}\text{C}$ の熱膨張係数を測定したところ、フィルター基体は、 $0.6 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であり、シート状封止部材は、 $0.8 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であり、接合材（スラリー焼成後焼結体）は、 $1.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であった。また、圧力損失も 30

調合組成

原料名	組成 1		組成 2		組成 3	
	質量%	平均粒径	質量%	平均粒径	質量%	平均粒径
タルク	40%	$20 \mu\text{m}$	38%	$10 \mu\text{m}$	38%	$7 \mu\text{m}$
カオリン	20%	$10 \mu\text{m}$	19%	$2 \mu\text{m}$	19%	$1.3 \mu\text{m}$
石英	11%	$10 \mu\text{m}$	—	—	—	—
溶融シリカ	—	—	10%	$4 \mu\text{m}$	10%	$2.5 \mu\text{m}$
アルミナ	14%	$7 \mu\text{m}$	—	—	—	—
水酸化アルミニウム	15%	$5 \mu\text{m}$	33%	$2 \mu\text{m}$	33%	$1.0 \mu\text{m}$

【0098】

* 失は 137 mmHg と低かったものの、電気炉スポーリング試験では、 700°C を超えるとクラックの発生が認められた。用いた組成を表1に、評価結果を表2にまとめて示す。

【0095】 比較例3、4

実施例1において、表1に示す組成1のコーディエライト化原料を用いてスラリーを作製し、それぞれ、このスラリーをフィルター基体の貫通口に深さ 5 、 10 mm で圧入、埋設したこと以外は実施例1と同様にしてコーディエライト質ハニカムフィルターを得た。

【0096】 得られたハニカムフィルターについて、 $40 \sim 800^{\circ}\text{C}$ の熱膨張係数、及び圧力損失の測定、並びに電気炉スポーリング試験を行ったところ、比較例3のハニカムフィルターでは、 $40 \sim 800^{\circ}\text{C}$ の熱膨張係数が、フィルター基体で、 $0.6 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であり、封止部材（スラリーの乾燥、焼成後のもの）の $40 \sim 800^{\circ}\text{C}$ における熱膨張係数は、 $1.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であった。また、電気炉スポーリング試験では、 700°C を超えるとクラックの発生が認められ、圧力損失も 150 mmHg と高かった。また、比較例4のハニカムフィルターでは、 $40 \sim 800^{\circ}\text{C}$ の熱膨張係数が、フィルター基体で、 $0.6 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であり、封止部材（スラリーの乾燥、焼成後のもの）の $40 \sim 800^{\circ}\text{C}$ における熱膨張係数は、 $1.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であった。また、電気炉スポーリング試験では、 650°C を超えるとクラックの発生が認められ、圧力損失も 172 mmHg と更に高かった。用いた組成を表1に、評価結果を表2にまとめて示す。

【0097】

【表1】

【表2】

試験結果

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4
フィルター基体における40~800℃の熱膨張係数(10 ⁻⁶ /℃)	0.8	0.8	0.6	0.6	0.6	0.8	0.8	0.8
封止部材における40~800℃の熱膨張係数(10 ⁻⁶ /℃)	0.8	0.9	1.1	0.8	1.3	0.8	1.5	1.5
封止部材の厚さ(mm)	1.5	2	3	1.5	4	1.5	5	10
接合材における40~800℃の熱膨張係数(10 ⁻⁶ /℃)	-	-	-	1.1	-	1.5	-	-
電気炉スポーリング試験(℃)	800	800	750	800	700	700	700	650
圧力損失(mmH ₂ O)	133	137	140	135	144	137	150	172

【0099】 3. 評価

フィルター基体の40~800℃における熱膨張係数と、封止用シート及び接合剤の40~800℃における熱膨張係数との差が $0.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 以下であり、かつシート状封止部材の厚さが3mm以下である実施例1~4では、電気炉スポーリング試験で、クラック発生最低温度が750℃以上と良好な耐熱衝撃性が認められとともに、圧力損失が、140mmH₂O以下と低いことが認められた。

【0100】 一方、シート状封止部材の厚さが4mmで、40~800℃における熱膨張係数が $1.3 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ と高く、フィルター基体との40~800℃における熱膨張係数の差が、 $0.7 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ と大きい比較例1のハニカムフィルターでは、電気炉スポーリング試験で、クラック発生最低温度が700℃と耐熱衝撃性が低いことが認められるとともに、圧力損失が、144mmH₂Oと高いことが認められた。

【0101】 また、接合材(スラリー乾燥、焼成後のもの)の40~800℃における熱膨張係数が、 $1.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ と高く、フィルター基体との40~800℃における熱膨張係数の差が、 $0.9 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ と大きい比較例2のハニカムフィルターでは、圧力損失は、137mmH₂Oと低いものの、電気炉スポーリング試験で、クラック発生最低温度が700℃と耐熱衝撃性が低いことが認められた。

【0102】 更に、40~800℃における熱膨張係数が、 $1.5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ と高く、フィルター基体との40~800℃における熱膨張係数の差が、 $0.9 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ である封止部材(スラリー乾燥、焼成後のもの)を、フィルター基体の貫通孔に深さ5mmで埋設した比較例3のハニカムフィルターでは、電気炉スポーリング試験で、クラック発生最低温度が700℃と耐熱衝撃性が低いことが認められるとともに、圧力損失が、150mmH₂Oと高いことが認められた。また、40~800℃における熱膨張係数が同様の封止部材を、フィルター基体の貫通孔に深さ10mmで埋設した比較例4のハニカムフィルターでは、電気炉スポーリング試験

で、クラック発生最低温度が650℃と耐熱衝撃性が更に低いことが認められるとともに、圧力損失が、172mmH₂Oと更に高いことが認められた。

【0103】

【発明の効果】 以上説明したように、本発明のハニカムフィルターによれば、濾過効率が高く、かつ耐熱衝撃性にも優れるとともに、封止部材とフィルター基体との接合強度が高く、かつ圧力損失を小さくすることができるハニカムフィルターを提供することができる。また、本発明のハニカムフィルターの製造方法によれば、濾過効率が高く、かつ耐熱衝撃性にも優れるとともに、封止部材とフィルター基体との接合強度が極めて高く、かつ圧力損失を小さくすることができるハニカムフィルターを、極めて低コストかつ精密に製造することができるハニカムフィルターの製造方法を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明のハニカムフィルターの一の実施の形態を模式的に示すものであり、(イ)は、一部断面図、(ロ)は、平面図である。

【図2】 本発明のハニカムフィルターにおける封止部材とフィルター基体との固着の状態の一例を模式的に示す一部断面図である。

【図3】 本発明のハニカムフィルターにおける封止部材とフィルター基体との固着の状態の他の例を模式的に示す一部断面図である。

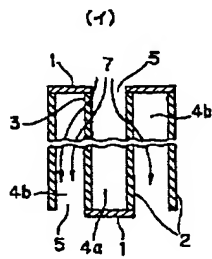
【図4】 従来のハニカムフィルターの一例を模式的に示すもので、(イ)は、一部断面図、(ロ)は、平面図である。

【図5】 従来のハニカムフィルターの他の例を模式的に示す斜視図である。

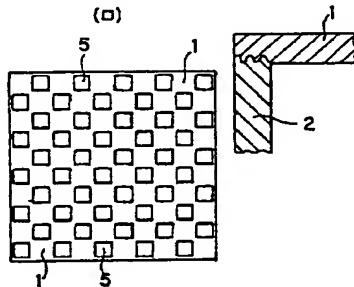
【符号の説明】

1…封止部材、2…フィルター基体、3…隔壁、4(4a、4b)…貫通孔(フィルター基体)、5…貫通孔(封止部材)、6…接合材、7…排ガス、11…目封じ材、12…フィルター基体、13…隔壁、14(14a、14b)…貫通孔(フィルター基体)、15…貫通孔(封止板)、17…排ガス、21…封止板。

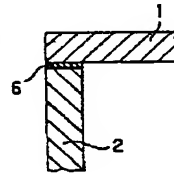
【図1】



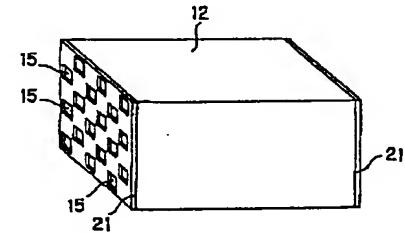
【図2】



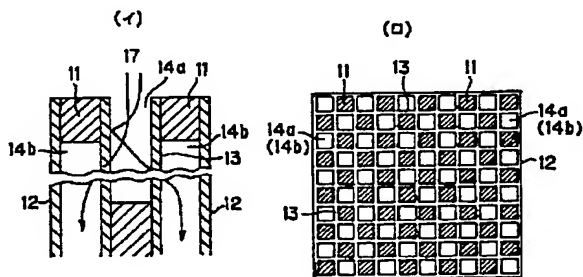
【図3】



【図5】



【図4】



フロントページの続き

Fターム(参考) 3G090 AA02 BA01 EA03
 4D019 AA01 BA05 BB06 BC12 CA01
 CB06
 4G030 AA07 AA36 AA37 CA02 CA10
 GA11 GA21 HA05 HA08